

CD 測定法簡易マニュアル

How to use CD

日本分光 J-730 型円二色性分散計

JASCO, Type; J-730, Circular Dichroism

JASCO 取扱説明書参照

2003/02/14, Merii Kato

(測定原理)

直線偏光が光学活性な物質を通過するとき，その成分である右回りと左回りの円偏光の伝搬速度が異なるだけでなく，吸収される場合も異なる。従って，直線偏光は光学活性な物質を通過した後は橿円偏光となり，このような場合その物質は円二色活性をもつという。円二色性の大きさを表すのに普通分子橿円率 θ を用いる。

θ はそれぞれ左右の円偏光に対する分子吸光係数。

$$= \frac{4500}{\lambda} (\theta_L - \theta_R) \log_e 10$$

(光源)

150W, ハロゲンランプ空冷方式

(測定波長範囲)

800nm ~ 2000nm

(操作上の注意)

検知器の冷却剤として，液体窒素を使用する。液体窒素は，時間をかけてゆっくり注ぐこと。

・測定の前に・・

-サンプルの準備-

*UV での吸光度が 2 程度になるとノイズが大きくなるため，吸光度が 1 程度であることを予めチェックしておく。(CD スペクトルの解釈と帰属には，UV-VIS スペクトルの情報が必要である。両スペクトルはほぼ同じ濃度の溶液を用いて測定できるので，並行して測定するとよい。また，波長スケールは同じにしておいた方が都合がよい。)

*溶液が濁っていないことを確認する。

-溶媒の選択-

測定する波長領域に，溶媒の吸収が少ないことが必要である。

-各溶媒の測定可能な最短波長-

| 波長(nm) | 溶媒 |
|--------|-----------------------|
| 200 | 蒸留水, アセトニトリル, シクロヘキサン |
| 220 | メタノール, エタノール |
| 290 | ベンゼン, トルエン |
| 335 | アセトン |

1. 立ち上げ方

右の穴にろうとを用いて liqN₂ をゆっくりいれる。(すぐなくなるので、30 分に一度は入る。)

[Regulated DC Power Supply] (下に設置されている機械)の Power を ON して、22V 及び 6A がそれぞれ表示されていることを確認する。

[Spectropolarimeter Power Supply] の Power を ON する。

PC を ON する。

Program Jasco ハードウェアマネージャーを選択する。

2. 測定

起動させる。

(自動起動になっている場合が多いので、その場合は起動が終了するまで待つ。)

* ここで、本体の小窓を開けて DC の目盛りが振り切っていないことを確認する。もし振り切っていた場合は、Level Gain のつまみを下げる。

標準測定をダブルクリック。(ここで表示されるベースライン測定は、本体の光源を交換したときに業者さんが用いるもので通常は使用しない。)

測定条件を各種変更する。(別紙マニュアル参照)

*sensitivity(感度)とレスポンスは、peak の大きさ、ノイズの大きさによって選ぶ。感度を上げればシグナルは大きくなるが、ノイズも大きくなる。かねあいで選ぶ。信頼性の高い測定をするには、通常 sensitivity(感度)は 5 ~ 20m° /cm、レスポンスは 1 ~ 4sec がよい。

*測定は、ピークの立ち上がり点から 50 ~ 100nm ほど長波長点から始めるのがよい。

以上二つを行うためには、本測定の前に一度粗く測定してみる。

コメント編集を選択し、サンプル名や濃度等を書き込む。

サンプル溶液を円筒型セルに入れて透過面の洗浄度を確認した後に、セル押さえで全面マスクに軽く押し付けて固定しホルダにセットする。この際、文字の書いている方向を一定方向に向けるように注意する。試料室のふたを開けると復元するのに、5~10 分程度かかる。

測定を選択し、OK で測定が開始される。

(ベースラインの測定については、ベースライン測定を選択するのではなく標準測定の同一条件で溶媒のみを測る。)

3, 解析 -測定後に標準解析の画面が表示されるので、そこで演算を行う。-

-演算-

データ間の四則演算を選択し、サンプルをデータ 1、ベースラインをデータ 2 に登録し、演算子の-（マイナス）を選択して、引き算を行う。

-データの処理-

演算 スムージング or ノイズ除去

演算 ピーク検出 深さ設定 ok close

-縦軸の変更-

光学定数演算 濃度を代入する。 Mol.CD を選択。（が求まる。）

保存法法

file 名前をつけて保存 データを選択 名前をつける OK

印刷

file 印刷

*サンプルデータとリファレンスデータの保存ファイル名は書き込まれていないので、自分でメモしておく。

4, 終了

セルは溶媒で十分に洗浄する。

各ソフトを終了し、PC の電源を落として、中心のねじをまわして 4A まで電流値を下げてから起動と逆の順番で装置の電源を切る。（突然切ると、ランプがきれる恐れがあるため。）

～インターバルスキャンでの注意点～

インターバルスキャンではスペクトル一本一本の表示ができないため、各スペクトルに対する解析を行うときはエクスポートで標準解析の画面にいき、解析を行う。